

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-048735  
(43)Date of publication of application : 20.02.1996

(51)Int.Cl.

C08F291/00  
D06M 15/263  
D06M 15/285

(21)Application number : 07-087671  
(22)Date of filing : 22.03.1995

(71)Applicant : INTERA CO LTD  
(72)Inventor : MICHAEL E DYER

## (54) SUBSTRATE IMPROVED IN SURFACE PROPERTY

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a polymeric substrate improved in hygroscopicity, antistatic properties, dye receptivity, decontamination properties, and other surface properties.

CONSTITUTION: A substrate having a diameter of wetness of at least 4 mm after washing 20 times is made by (a) bringing an aqueous mixture containing a water-soluble vinyl monomer and a hydrophobic vinyl monomer into contact with a starting substrate and (b) initiating the polymerization of the water-soluble monomers with an initiator to form a vinyl polymer on the starting substrate.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]	22.03.1995
[Date of sending the examiner's decision of rejection]	
[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]	
[Date of final disposal for application]	
[Patent number]	2533074
[Date of registration]	27.06.1996
[Number of appeal against examiner's decision of rejection]	
[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]	
[Date of extinction of right]	27.06.2004

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-48735

(43) 公開日 平成8年(1996)2月20日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 F 291/00	MP Z			
D 0 6 M 15/263				
15/285				

審査請求 有 発明の数 1 F D (全 12 頁)

(21) 出願番号	特願平7-87671
(62) 分割の表示	特願昭61-138424の分割
(22) 出願日	昭和61年(1986)6月16日

(71) 出願人	395018077 インテラ・カンパニー・リミテッド アメリカ合衆国37311テネシー州クリーブ ランド、サード・ストリート・サウスイ スト222
(72) 発明者	マイケル・イー・ダイアー アメリカ合衆国テネシー州クリーブラン ド、エルドリジ・サークル1115
(74) 代理人	弁理士 倉内 基弘 (外1名)

(54) 【発明の名称】 表面特性の改良された基材

(57) 【要約】

【目的】 吸湿性、帯電防止性、染料受理性、汚れ除去性及び(又は)他の表面特性の改良された重合体基材を提供する。

【構成】 (a) 基材に水溶性ビニル単量体及び疎水性ビニル単量体を含有する水性混合物を接触させ、そして (b) 前記水溶性単量体の重合を開始剤によって開示させて基材上にビニル重合体を形成することによって作られる、20回洗浄した後に湿潤の直径少なくとも4mmを有する基材。

BEST AVAILABLE COPY

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (a) 基材に水溶性ビニル単量体及び疎水性ビニル単量体を含有する水性混合物を接触させ、そして

(b) 前記水溶性単量体の重合を開始剤によって開示させて基材上にビニル重合体を形成することによって作られる、20回洗浄した後に湿潤の直径少なくとも4mmを有する基材。

【請求項2】 前記水溶性ビニル単量体がN, N'-メチレンビスアクリルアミド、N, N'-(1, 2-ジヒドロキシエチレン)ビスアクリルアミド、アクリルアミド、アクリル酸、2-プロピレン-1-オール、クロトン酸、テトラエチレングリコールジアクリレート、ビニルピリジン、メタクリル酸、メタクリルアミド、N-メチロールアクリルアミド、N-メチル-N-ビニルホルムアミド、N-ビニルピロリドン、3-, 4-又は5-メチル-N-ビニルピロリドン、マレイン酸、ビニルオキシエチルホルムアミド、アクリロニトリル、メタクリロニトリル、メタリルアルコール、シアン化アクリル、スチレンスルホン酸及びスチレンスルホン酸の水溶性塩からなる群より選ばれる請求項1の基材。

【請求項3】 前記疎水性ビニル単量体がエチレングリコールジメタクリレート、エトキシ化ビスフェノールAジメタクリレート、アクリル酸アリル、メタクリル酸アリル、1, 3-ブチレングリコールジアクリレート、1, 4-ブタンジオールジアクリレート、フマル酸ジアリル、ジエチレングリコールジアクリレート、2, 2-ジメチルプロパン-1, 3-ジアクリレート、2, 2-ジメチルプロパン-1, 3-ジメタクリレート、ジペンタエリスリトールモノヒドロキシペンタアクリレート、エトキシ化ビスフェノールAジアクリレート、1, 6-ヘキサジオールジアクリレート、1, 6-ヘキサジオールジメタクリレート、ペンタエリスリトールテトラアクリレート、ペンタエリスリトールトリアクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレート、トリメチロールプロパントリメタクリレート及びトリプロピレングリコールジアクリレートからなる群より選ばれる請求項1の基材。

【請求項4】 前記基材がポリエステルである請求項1の基材。

【請求項5】 基材がポリオレフィンである請求項1の基材。

【請求項6】 ポリオレフィンがポリプロピレンである請求項5の基材。

【請求項7】 基材がポリアミドである請求項1の基材。

【請求項8】 ポリアミドがナイロン6及びナイロン6, 6からなる群より選ばれる請求項7の基材。

【請求項9】 基材がアクリル樹脂である請求項1の基

材。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、吸湿性、帯電防止性、染料受理性、汚れ除去性及び(又は)他の表面特性の改良された重合体基材並びに基材が繊維である場合のその持ち味を変更させることに関する。より具体的に言えば、本発明は、ポリエステル及びポリオレフィン繊維を処理してそれらの表面特性を改良することに関する。

【0002】

【従来の技術】合成重合体物質は、貧弱な表面特性を有する。特に、ポリエステル、ポリオレフィン、ポリアミド及びアクリル樹脂から製造された大部分の繊維は、吸熱性ではなく、そして貧弱な帯電防止性及び汚れ除去性を有する。また、ポリエステル及びポリプロピレンから形成した多くの従来の繊維は、比較的貧弱な持ち味特性を有する。特に、大部分のポリエステル及びポリプロピレンは、すべすべした又は合成繊維の触感を有すると共に、吸熱性、帯電防止性及び汚れ除去性の面が不足している。従来技術によれば、水溶性ビニル単量体を重合体基材上で重合させる試みがなされてきた。これは、ポリエステル基材又はポリプロピレン基材を用いる場合には、水溶性ビニル単量体を重合体基材上に付着させるために3つの手段方法が試みられた。

【0003】第一の方法は、重合したビニル単量体と重合体基材との間の付着によるものであることが明らかである。この方法の例としては、米国特許第3, 377, 249号及び同第3, 958, 932号が挙げられる。米国特許第3, 377, 249号では、合成酸エマルジョン重合体を重合体基材に接着させるためにアミノプラスト紡織(テキスタイル)樹脂が使用される。米国特許第3, 958, 932号では、高められた温度での硬化の使用によってビニル重合体を重合体基材に付着させている。

【0004】第二の方法は、水溶性ビニル単量体から形成した重合体を基材にからみ合わせることを包含する。米国特許第3, 926, 551号では、酸性ビニル単量体から誘導される水不溶性重合体がポリエステル繊維の表面上に且つその内部の両方に形成される。米国特許第3, 995, 998号では、酸性の及び非酸性の両方の水溶性ビニル単量体から誘導される重合体が重合体基材を構成する繊維の表面及びその間の両方に付着される。米国特許第4, 065, 256号では、疎水性合成重合体基材の表面上及びその間の両方にグラフト重合を行うために液状有機溶剤及び疎水性ラジカル重合開始剤を含む組成物が使用されている。米国特許第4, 238, 193号では、重合体基材繊維の内部に浸透させるために、またその基材の表面上及びその内部の両方において、水溶性ビニル重合体を重合させるために含浸済み開始剤

が使用されている。

【0005】第三の方法は、水溶性ビニルの重合からの重合体を受理するように重合体基材を化学的に変性することであった。米国特許第3,088,791号、同第3,107,206号、同第3,115,418号及び同第3,617,457号はそれぞれ、高エネルギー照射を用いて重合体基材を変性することを開示している。高エネルギー照射は、重合体の表面上の結合を開裂して遊離基を形成すると考えられる。これらの遊離基は、ビニル単量体との化学反応に関与する。米国特許第3,088,791号では、造形した有機重合体基材を低温度で照射している。米国特許第3,107,206号では、非重合性膨潤剤で予め膨潤されたステム (stem) 重合体に照射を行っている。米国特許第3,115,418号では、酸素の存在下に重合体基材を照射している。米国特許第3,617,457号では、ポリエステル基材を照射しそして独特な水溶性ビニル単量体を使用している。

【0006】米国特許第3,600,122号では、重合体基材の表面上に遊離基箇所を発生させるために遊離基開始ガスの帯域中で火花放電を使用している。この変性された重合体基材は、すべての照射重合体と同じように更に反応される。米国特許第4,043,753号では、ポリエステルのテレフタル酸の一部分を置きかえるためにp-カルボキシい皮酸を導入することによって従来のポリエステル基材を変性している。得られた重合体基材は、グラフト重合を受けやすい不飽和基を含有する変性ポリエステル重合体である。本件出願人等が知る限りでは、従来技術の方法は、通常の洗濯機で20回以上の洗濯の如き洗濯の繰り返しに耐えるような織物を形成する繊維の形態になり得るポリエステル又はポリプロピレン基材を提供していない。かくして、満足な工業製品の絶対的な必須要件は、それが洗濯の繰り返しに耐えることである。更に、従来技術の方法は、不当な費用、複雑な装置要件及び他の加工プロセス上の欠点にしばしば悩まされている。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明に従えば、重合体より形成された基材は、水溶性ビニル単量体及び疎水性ビニル単量体を含有する水性混合物と接触される。好ましくは、水性混合物は、攪拌下に約40〜約100℃の範囲内の温度に維持される。次いで、重合開始剤によって水溶性ビニル単量体のビニル重合が開始される。基材上にビニル重合体が形成され、これによって基材の吸湿性、帯電防止性、染料受理性、汚れ除去性及び他の表面特性が改良される。好ましくは、水性混合物は、適当な乳化剤即ち表面活性剤によって乳化された水溶性ビニル単量体と架橋性疎水性ビニル単量体とを含有するエマルジョンの形態にある。しかる後、重合開始剤及び触媒を加えることができる。同じ化合物が重合開始剤及び触媒

の両方として機能することが可能である。基材への重合体の重合付着は、通常、温度をかかると重合が起こる温度まで上げること及び(又は)開始剤の添加によって達成される。

【0008】ここにおいて、本発明で得られた重合体基材は、通常の洗濯機での洗濯の繰り返し即ち家庭での20回以上の洗濯に耐える望ましい吸湿性、汚れ除去性及び(又は)他の表面特性を有することが分かった。好ましくは、本発明に従って得られる重合体基材は、20回洗浄した後に、湿潤の直径少なくとも4mmを有する。本発明ではポリエステル及びポリオレフィン(特にポリプロピレン)の基材だけに試験を行ったけれども、本発明は、他の重合体基材特にポリアミド及びアクリル樹脂の処理も意図している。

【0009】本明細書における用語「混合物」は、水溶性ビニル単量体及び疎水性ビニル単量体を含有する水性溶液、分散液、懸濁液、コロイド状溶液、エマルジョン又は他の水性物理的集合体を意味する。本発明の実施例はもっぱらエマルジョンについて行われているけれども、本発明は、疎水性ビニル単量体のエマルジョンを形成するのみならず、他の手段によって、例えば疎水性ビニル単量体を適当な溶剤中に溶解させて物理的分散液の形成を助長することによって疎水性ビニル単量体を水性媒体中に導入することを意図している。本明細書における「基材」は、繊維又は織物の形態にあるのが好ましいがしかしフレック、フィルム又は適当に造形した成形品の形態にあってもよい重合体を意味する。

【0010】用語「繊維」は、モノフィラメント、マルチフィラメント系、バット (bat) 及びステープル繊維を表わすのに用いられる。用語「織物」は、織布、絹布及び不織布を表わすのに用いられる。用語「疎水性ビニル単量体」は、本発明の条件下で取り囲む水性媒体中に易溶性でなく、しかも本法で用いたときに耐久性の改良された表面特性を有する基材をもたらすビニル単量体を意味する。本明細書における用語「ビニル重合体」は、吸湿性及び(又は)水溶性ビニル単量体のビニル重合から得られるホモ重合体並びにこれらの共重合体を表わすのに用いられる。用語「ビニル重合」は、単量体中のビニル基が重合体の生成に関与するような重合を意味する。

【0011】本発明の開示が繊維表面又は単量体と繊維表面との緊密な接触又は同様の表現を言及する場合に、個々の繊維又はフィラメントは、単量体及びグラフト重合体の接触結合がマルチフィラメント系又は束の個々のフィラメントの表面に対するように関係されていることが理解されよう。本発明の方法及び変性重合体ではビニル重合体が基材中に実質的に浸透しているとは思われない。

【0012】ポリエステルは、フィルム形成性材料が少なくとも85重量%の二価アルコールとテレフタル酸と

5  
 のエステルよりなる長鎖合成重合体であるようなステープル繊維又は連続フィラメントのどちらかとして製造された繊維に対する一般名称である。現在米国で入手可能な最も一般的なポリエステル繊維は、ポリエチレンテレフタレートより作られたものであり、そして例えばイー・アイ・デュボン社の商品名「ダクロン (DACRON)」及びICIユニテッド・ステーツ・インコーポレーテッドの「フォートレル (FORTREL)」の下に、またセラニーズ・ケミカル・カンパニーから入手可能である。ポリエステル繊維は、フィラメントヤーン、ステープル繊維及び繊維トウとして入手可能であり、そして木綿及び羊毛の如き他の繊維としばしば組み合わせられる。例えば、ポリエステルと木綿ステープル繊維との混紡であるヤーンから多くの被服が作られている。かかるポリエステル繊維及び混紡繊維から作られた繊維物は、ドレス、スーツ、シャツ等を含めて多くの種類の上着を作るのに一般に用いられている。かかる混紡は、本発明の基材として用いることができる。

【0013】ポリエステルは、優秀な繊維を形成しそして大量生産で経済的に製造することができるが、しかしポリエステルは多くの欠点に悩まされている。ポリエステルは、水分を有意に吸収するための能力が欠けておりそして静電気問題を受けやすい。本発明の方法に従ってポリエステル繊維を処理することによって、何回もの洗濯後に保持される極めて良好な水吸収性及び汚れ除去性を有する最も有用な繊維が形成される。ポリオレフィン、簡単なオレフィンから誘導される重合体の一群についての名称である。本発明において使用するための好ましいポリオレフィンはポリプロピレンである。

【0014】ポリプロピレンは、少なくとも85重量%の重合プロピレンよりなる長鎖合成重合体である。ポリプロピレンは、所定のデニールにおいてそれをポリエステルよりもかさ高にさせる低い比重を有している。先に記載したように、ポリプロピレンは独特の持ち味を有している。ポリプロピレンは、羊毛及び他の繊維と混紡することができ、そして織物、網、ミシン糸、アップホルステリー用のひも材料、木綿ボール用の巻回材料、子供用衣類、赤ん坊のおしめ及び衛生ナプキンの如き使い捨て製品、ユニホーム、シャツ及び掛け布の如き医療製品、ティーバッグ (tea bag) 及びコーヒーフィルターの如き過製品、カーベット、洗濯袋、合成芝生、土木工学用途の補強材、裏当て繊維等として用いられる。かかる混紡は、本発明の基材として用いることもできる。

【0015】ポリアミドは、分子類に沿ってアミド結合 (CONH) が形成されている高分子重合体である。本発明で使用するための好ましいポリアミドは、合成線状縮合ポリアミドである。かかるポリアミドとしては、例えば、アジピン酸 (そのアミド形成性誘導体) の如きポリカルボン酸とヘキサメチレンジアミンの如きポリアミンとの周知反応によって製造されるポリ (ヘキサメチ

ルアミンアジポアミド) が挙げられる。米国においてこの種の最も一般的な市場で入手できるポリアミドは、ポリヘキサメチレンアジポアミドであるナイロン6、6及びポリ (ヘキサメチレンカプロラクタム) であるナイロン6である。これらの種類のナイロンは、通常、広い寸法範囲にわたってフィラメントとして押し出され、常温延伸によって配向されそして多くの種類の形態の織物に編成される。ナイロンは優れた織物になりそして大量生産規模で経済的に製造することができるが、しかしナイロンは多くの欠点に悩まされている。ナイロンは、水分を吸収する能力が欠けておりそして静電気問題を受けやすい。本発明の方法に従ってナイロンを処理することによって、何回もの洗濯後に保持される極めて良好な水吸収性、帯電防止性及び汚れ除去性を有する最も有用な織物を形成することができる。

【0016】アクリル樹脂は、繊維形成性物質が少なくとも85重量%のアクリロニトリル単位 ( $\text{CH}_2\text{CH}(\text{CN})$ ) よりなる長鎖合成重合体である繊維についての一般名称である。かかる繊維は、様々な種類のステープル繊維及びトウで入手可能であり、そして例えばイー・アイ・デュボン社の商品名「オルロン (ORLON)」及びアメリカン・サイアナミド・カンパニーの商品名「クレスラン (CRESLAN)」の下に市場で入手可能である。衣料用のアクリル繊維は、羊毛の如き他の繊維と混紡することができ、又は糸に次いでナイロンの如き他のより強力な合成繊維若しくはフィラメントと共に編成することができる。かかる混紡は、本発明の基材として用いることができる。大部分のアクリル樹脂は、水分を有意に吸収する能力に欠けておりそして静電気を受けやすい。本発明の方法に従ってポリアクリル繊維を処理することによって、何回もの洗濯後に保持される優れた水吸収性、帯電防止性及び汚れ除去性を有する織物を得ることができる。

【0017】本発明で用いることができる水溶性ビニル単体の適当な例としては、限定するものではないが、MBAと称される  $\text{N}, \text{N}'$ -メチレンビスアクリルアミド、 $\text{N}, \text{N}'$ -(1, 2-ジヒドロキシエチレン) ビスアクリルアミド、アクリルアミド、アクリル酸、2-プロピルアクリレート、クロトン酸、テトラエチレングリコールジアクリレート、ビニルピリジン、メタクリル酸、メタクリルアミド、 $\text{N}$ -メチロールアクリルアミド、 $\text{N}$ -メチル- $\text{N}$ -ビニルホルムアミド、 $\text{N}$ -ビニルピロリドン、3-, 4-又は5-メチル- $\text{N}$ -ビニルピロリドン、マレイン酸、ビニルオキシエチルホルムアミド、アクリロニトリル、メタクリロニトリル、メタリルアルコール、シアン化アクリル、スチレンスルホン酸及びスチレンスルホン酸の水溶性塩が挙げられる。好ましい水溶性ビニル単体は、 $\text{N}, \text{N}'$ -メチレンビスアクリルアミド (MBA) 及び  $\text{N}, \text{N}'$ -(1, 2-ジヒドロキシエチレン) ビスアクリルアミドである。ある場

には、2種以上の水溶性ビニル単量体を共重合させて例えばマレイン酸をMBAと共重合させて本発明で用いる重合体を生成することができる。かくして、斯界では周知の如く、上記単量体のうちのいくらかは容易にはホモ重合しないで他の単量体と共重合する。

【0018】疎水性ビニル単量体は、好ましくは架橋性であり、即ち少なくとも2つの反応性ビニル官能性基を有する。本発明で試験して良い結果が得られた疎水性ビニル単量体のすべてが架橋性である。しかしながら、試験しなかった条件下で非架橋性の疎水性ビニル単量体を使用することも可能である。また、疎水性単量体は好ましくは乳化性でもある。本発明で用いることができる乳化可能な架橋性疎水性ビニル単量体の好適な例としては、限定するものではないが、エチレングリコールジメタクリレート、エトキシ化ビスフェノールAジメタクリレート、アクリル酸アリル、メタクリル酸アリル、1,3-ブチレングリコールジアクリレート、1,3-ブチレングリコールジメタクリレート、1,4-ブタンジオールジアクリレート、フマル酸ジアリル、ジエチレングリコールジアクリレート、2,2-ジメチルプロパン-1,3-ジアクリレート、2,2-ジメチルプロパン-1,3-ジメタクリレート、ジペンタエリスリトールモノヒドロキシペンタアクリレート、エトキシ化ビスフェノールAジアクリレート、1,6-ヘキサジオールジアクリレート、1,6-ヘキサジオールジメタクリレート、ペンタエリスリトールテトラアクリレート、ペンタエリスリトールトリメタクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレート、トリメチロールプロパントリメタクリレート及びトリプロピレングリコールジアクリレートが挙げられる。好ましい乳化性の疎水性ビニル単量体は、エチレングリコールジメタクリレート及びエトキシ化ビスフェノールAジメタクリレートである。複数の疎水性ビニル単量体を共重合させることもできる。

【0019】重合に先立って、疎水性ビニル単量体は基材と接触される。好ましくは、疎水性ビニル単量体の適当なエマルジョンを形成しそしてこのエマルジョンを基材と接触させるべきである。本明細書で用いる“適当なエマルジョン”とは、肉眼で液滴が全く見えないエマルジョンを意味する。通常、本発明に従えば、初期エマルジョンは外觀がミルク状である。このミルク状外觀は、エマルジョンから疎水性ビニル単量体を基材に引き出すときに幾分又は完全に澄清化することができる。疎水性ビニル単量体と基材との接触の不在下では水溶性ビニル単量体から誘導された重合体は基材に対して比較的ゆるく付着され、そしてこの重合体に由来する改良特性の大部分は洗浄間に急速に失われる。

【0020】本発明における疎水性ビニル単量体が基材上でホモ重合するか若しくは水溶性ビニル単量体と共重合するか、又は両方の機構が同時に起こるのかどうか、

又は仮定されない機構があるかどうかはまだ知られていない。本発明において用いるプロセス条件下では、水溶性ビニル単量体から誘導される重合体の表面を有する実質的に耐久的に付着される重合体が基材に固着されることが分かった。疎水性ビニル単量体から製造した重合体は、単独では、本発明の重合体によって得られる望ましい表面特性を有しないことが確かめられた。この理由のために、本発明の表面特性は、水溶性単量体のビニル重合から形成された重合体に基因する。また、基材に対するかかる重合体の耐久性付着は、疎水性ビニル単量体の存在に基因する。

【0021】いくつかの疎水性ビニル単量体について言えば、基材との接触前に先ずそのエマルジョンを形成する必要がない場合がある。しかしながら、エマルジョンを用いる場合には、適当な濃度の乳化剤又は表面活性剤を用いるべきである。もしこの濃度があまりにも低すぎるならば、適当なエマルジョンは形成されず、また疎水性単量体と基材との間で緊密な接触さえも起こらない。疎水性ビニル単量体の可視粒子の球体の付着を回避するのが好ましい。本発明の操作性について必要でないけれども、基材に接近して疎水性単量体を分散させて疎水性単量体と基材との間の適当な接触を得るときには重合反応の前にある時間が存在するのが好ましい。好ましくは、基材への疎水性ビニル単量体の均一な付着が確保される。この時間は、大きく変動してよく、一般には約30秒〜約30分程の時間である。

【0022】表面活性剤の基本的構造は、2つの異なる部分即ち疎水性部分及び親水性部分を含有する。8〜20個の炭素原子の鎖を含有する炭化水素が適当な疎水性部分をもたらす。疎水性部分は、飽和若しくは不飽和のどちらかの脂肪族化合物及び(又は)芳香族化合物を含むことができる。また、疎水性部分は、酸素又はハロゲン原子を含有することもできる。一般に用いられる疎水性部分としては、長直鎖アルキル基、長分枝鎖アルキル基、長鎖アルキルベンゼン、アルキルナフタリン、ロジン及びリグニン誘導体、高分子量プロピレンオキシド重合体、長鎖パーフルオールアルキル基、ポリシロキサン基及び過弗素化合物が挙げられる。疎水性部分の一般的な源としては、牛脂、ヤシ油、植物油、赤油、ひまし油、オリーブ油、ピーナツ油、トール油、綿実油、ベニハナ油、鯊油、アルキルベンゼン、ジフェニルオキド、ナフタリンホルムアルデヒド縮合物及びリグニンが挙げられよう。

【0023】一般に使用される親水性基の中には、陰イオン性、陽イオン性、非イオン性及び両性がある。陰イオン性基は、カルボン酸、硫酸、スルホン酸及びホスホン酸エステルを包含する。陽イオン性基は、第一アミンの塩、第二アミンの塩、第三アミンの塩及び第四級アンモニウム化合物を包含する。非イオン性基は、エチレンオキシド付加物又は電荷を有しない他の親水性重合体を



包含する。両性基は、溶液のpHに応じて陰イオン性又は陽イオン性のどちらかとして機能する酸性及び塩基性親水性基の両方を含有する表面活性剤を包含する。

【0024】本発明では様々な表面活性剤を用いることができる。この例としては、スルホン化アルキル、硫酸アルキル、硫酸化油又は脂肪、硫酸化グリコールエステル、硫酸化アルカノールアミド、硫酸化アルキルフェノールポリグリコール、キシレンスルホン酸ナトリウム、ジブチルナフタリンスルホン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ナフタリンホルムアルデヒド縮合物のナトリウムスルホン酸塩、スルホン化アミド、モノアルキルリン酸塩、ジアルキルリン酸塩、リン酸トリアルキル、中和カルボン酸（例えば、ステアリン酸ナトリウム）及び硫酸化エーテルが挙げられる。また、好適な表面活性剤は、アルキルグリシン、N-アルキルベタイン、イミダゾリングリシン、硫酸化ポリグリコールアミン及びアルキルアミンスルホネートの如き両性の例を包含する。

【0025】更に、好適な表面活性剤は、第四級アンモニウム化合物、脂肪族アミン塩、アルキルアミンポリオキシエタノールグリコール、脂肪アルキルジメチルベンジルアンモニウムクロリド、ラウリルビリジニウムクロリド、N-アシル-N'-ヒドロキシエチルエチレンジアミン、N-アルキル-N'-ヒドロキシエチルイミダゾリン及びアミノアミドを包含する。また、非イオン性表面活性剤を用いることもできる。好適な例としては、エトキシ化脂肪族アルコール、エトキシ化長分枝鎖アルコール、エトキシ化アルキルアリアルアルコール及びエトキシ化脂肪族アミンが挙げられる。他の好適な非イオン性表面活性剤としては、ポリエチレングリコールエステル及びポリエチレングリコールアミドが挙げられる。

【0026】表面活性剤の選択及び表面活性剤の量は、水溶性ビニル単量体と疎水性単量体と繊維との間の重合反応及び相互作用を有意には妨げないようなものに限定されよう。好ましい表面活性剤は、陰イオン型及び非イオン型である。陽イオン型のうちのいくらか（即ち、第一、第二及び第三アミン）は、ある反応条件下では本発明を妨げる場合もあることが分かった。所定の表面活性剤又は表面活性剤の量がかかる重合反応及び相互作用を有意に妨げるかどうかの決定は、当業者の範囲内の通常の前備試験によって行うことができる。重合開始剤の選択は、用いる単量体の種類、重合温度及び他のパラメーターに左右される。

【0027】本発明のすべての実施例では、プロセス条件下で基材の不在下に水溶性ビニル単量体及び疎水性ビニル単量体の両方を重合させることができる開始剤で行われた。かくして、基材の不在下において水溶性ビニル単量体及び疎水性ビニル単量体の両方において重合が開始されるようなプロセス条件が使用された。水溶性ビニ

ル単量体及び乳化可能な疎水性ビニル単量体の両方についての好適な開始剤の適用は斯界において周知である。特定の開始剤に好適な条件の選択は、当業者の範囲内であり、そして当業者の範囲内での簡単な試験によって容易に決定することができる。水溶性及び疎水性ビニル単量体の両方を重合させるのに物理的手段を用いることができる。物理的手段の例としては、紫外線照射の如き光化学的開始剤又はγ線及び速い電子の如きイオン化照射が挙げられる。用語「開始剤」とは、水溶性ビニル単量体のビニル重合を開始させ且つ維持するような化学的若しくは物理的手段又はこれらの組み合わせを意味する。

【0028】本発明で用いることができる重合開始剤の例としては、限定するものではないが、無機過酸化化合物、例えば過酸化水素、過酸化バリウム、過酸化マグネシウム等、種々の有機パーオキシ化合物、その例としては、ジアルキルパーオキシド、例えばジエチルパーオキシド、ジプロピルパーオキシド、ジラウリルパーオキシド、ジオレイルパーオキシド、ジステアрилパーオキシド、ジ(1-ブチル)パーオキシド及びジ(1-アシル)パーオキシド（かかるパーオキシドは、エチル、プロピル、ラウリル、オレイル、ステアрил、1-ブチル及び1-アシルパーオキシドとしばしば指定されている）、アルキル水素パーオキシド、例えば1-ブチル水素パーオキシド（1-ブチルヒドロパーオキシド）、1-アシル水素パーオキシド（1-アシルヒドロパーオキシド）等、対称ジアシルパーオキシド、例えばアセチルパーオキシド、プロピオニルパーオキシド、ラウロイルパーオキシド、ステアロイルパーオキシド、マロニルパーオキシド、スクシニルパーオキシド、フタロイルパーオキシド、ベンゾイルパーオキシド等、脂肪油酸パーオキシド、例えばセシ油パーオキシド等、非対称又は混成ジアシルパーオキシド、例えばアセチルベンゾイルパーオキシド、プロピオニルベンゾイルパーオキシド等、テルペンオキシド、例えばアスカリドール等、並びに無機過酸の塩例えば過硫酸アンモニウム及び過硫酸カリウムが挙げられる。

【0029】また、開始剤としては、例えば硝酸第二セリウム、硫酸第二セリウム、硝酸第二セリウムアンモニウム、硫酸第二セリウムアンモニウム、ピロリン酸第二セリウムアンモニウム、よう素酸第二セリウム等の如き第二セリウム塩の形態にある第二セリウムイオンが挙げられる。本発明で使用するのに好適な酸開始剤の例としては、限定するものではないが、塩酸、リン酸、硫酸、硝酸、酢酸、ギ酸、しょう酸、酒石酸、モノクロル酢酸、ジクロル酢酸、トリクロル酢酸及び類似の酸が挙げられる。

【0030】重合は、好ましくは、触媒の存在下に行われるべきである。先に記載した酸開始剤即ち塩酸、リン酸、硫酸、硝酸、酢酸、ギ酸、しょう酸、酒石酸、モノクロル酢酸、ジクロル酢酸、トリクロル酢酸及び類似の

酸は、重合開始剤及び重合触媒の両方として機能することができる。他の形態の重合開始剤を用いるときには、追加的な触媒の存在が望ましいかもしれない。上記酸の各々は触媒として機能することができる。加えて、他の周知重合触媒としては、水酸化カリウム及び水酸化ナトリウムの如き塩基並びに硫酸第一鉄を含めた他の公知触媒が挙げられる。水溶性ビニル重合体の重合のための時間は、約30秒〜30分間であるべきである。一般には、時間は厳密なものではないが、しかし重合を起すのに十分であるべきである。

【0031】本発明において用いる方法は、重合体繊維若しくは織物又は他の基材の通常の加工処理間における多数の段階のどれにおいても用いることができるけれども、繊維の染色前に又は繊維表面の包被若しくは被覆をもたらす繊維の処理が行われる前にその方法を使用するのが好ましいことが分かった。かくして、染料又は他の繊維処理化学剤を包被又は“固着（ロックオン）”させるのが通常の方法であるが、かかる被覆は本発明における方法を妨げる場合がしばしばである。表面特性の改良がなお存在する程度まで、この改良は何回かの洗濯によって徐々に洗い落されよう。それ故に、汚れ、仕上油及び繊維上に存在する可能性がある他の汚染物を除去するためには、本発明において用いる処理プロセスを実施する前に繊維を精練し濯ぐのが好ましい。本発明における方法の後に、染料と染料箇所との反応を妨げる可能性がある過剰の酸及び過剰のホモ重合体を除去するために、染色前に処理溶液を排出させそして繊維を濯ぐのが好ましい。

【0032】すべての化学剤の均一な分散及び緊密な接触が好ましい。繊維の場合には、これは、繊維表面の周囲及びその間における処理水溶液の流れ又は攪拌の種々の形式によって補助することができる。例えば、生地反物の形態にある繊維の処理の場合には、攪拌は通常のバドルタブにおけるバドルによって行うことができる。別法として、ビームのロールの形態で処理される織物の形態にある繊維について言えば、通常の加圧手段によってビームの周囲に且つそれを通して処理水溶液を循環させることができる。基材についての均一な分散、緊密な接触及び付着を達成するのに必要な時間は、基材に水溶液を接触させる特定の方法に応じて変わり、そして1秒〜30分の範囲内で変えることができる。吹付け、攪拌（パッドリング）、浸漬又は他の手段によって水溶液を繊維と接触させることができるけれども、水溶液よりなる浴中に繊維を浸漬させるのが最も好ましい。かかる浸漬技術を用いる場合には、重合が始まる前に比較的短い時間が必要である。例えば、水溶液の適切な攪拌又は循環には約10分で通常十分である。

【0033】本発明において用いる方法は、熱、時間、開始剤、触媒又は単量体添加の制御因子のうちのどれか1つ以上を制限することによって制御することができ

る。かくして、限定するものではないが、一例を示せば、攪拌下に水性媒体中に単量体、触媒及び基材を入れ、そして水性媒体を適当な温度にする。次いで、開始剤の添加によって重合プロセスを開始させることができる。別の例は、単量体、触媒、開始剤及び基材を水性媒体中に集めそしてそれらを重合温度よりも下の低い温度に維持することである。次いで、温度を上げることによって重合プロセスを開始させることができる。この重合の遅れは、各成分の完全な分散を得るのにしばしば必要である。上記から、工程の順序は厳密なものではないこと及びそれは重合を開始させる種々の変数に応じて変動させることができることが分かる。

【0034】清浄にされた後の基材は、水中に浸漬される。水は周囲温度であってよく、又はそれは約40〜100℃の範囲内まで加熱することもできる。温度は、各成分を成分の濃度で重合させるのに十分な出発温度が達成される限り臨界的なものではない。一般には、40〜100℃の温度範囲が好適である。約90〜95℃の温度範囲が好ましいことが分かった。約90〜95℃の範囲内の温度では低濃度の成分特に好ましい開始剤である過硫酸カリウムを用いることができる。用いる条件下で過硫酸カリウムの如き開始剤のうちのいくらかは、40℃程の低い温度ではビニル重合を容易には開始しない。しかしながら、他の開始剤は、40℃程の低いそして恐らくそれよりも一層低い温度ではビニル重合を開始しない。たいていの場合に、開始温度は、成分、それらの濃度及び特に開始剤の性状に左右される。

【0035】好ましい具体例では、基材は先ず水中に浸漬される。しかる後、その水に疎水性ビニル単量体及び乳化剤が加えられる。疎水性ビニル単量体の好適な重量%範囲は基材の重量を基にして通常約0.02〜2.0重量%であり、そして乳化剤の好適な重量%範囲は本発明において用いる方法を通じて好適であるエマルジョンを得るすべての重量%範囲である。“好適”については先に記載した通りである。疎水性ビニル単量体の濃度の上限及び下限は、基材、水溶性及び疎水性ビニル単量体、開始剤、触媒及び温度の所定の組み合わせについて約20回の洗濯機での洗濯後に向上された表面特性の保持耐久性を測定する通常の試験によって決定することができる。所定の組み合わせについてのかかる試験は、向上された吸湿性、持ち味、汚れ除去又は帯電防止性の如き基材の表面特性の特定の所望の向上が基材によって保持されているかどうかを示すはずである。

【0036】系は、各成分の分散及び接触を得るのに十分な時間攪拌される。約30秒〜30分の間の時間を用いることができる。満足な時間を決定するのに通常の間を用いることができる。系は、好ましくは、プロセスを通して攪拌下に維持される。かかる攪拌は、かかる単量体の適当なエマルジョンが得られるような疎水性ビニル単量体の良好な乳化及び分散をもたらす。好ましい方



法では、次いで水溶性ビニル単量体が混合物の重量を基にして好ましくは約0.002~10重量%の濃度で加えられる。水溶性ビニル単量体の濃度は通常望ましい生成物の面では臨界的なものではなく、変えることができる。上限及び下限は、基材の改良された表面特性についての通常の試験によって容易に決定することができる。

【0037】触媒の重量%濃度は、触媒の性状に左右される。これは、当業者の範囲内の簡単な試験によって容易に測定することができる。一例として、疎水性酸の好適な濃度は、約2~4の間のpHが得られる程のものである。この濃度において、疎水性酸は主として触媒として作用する。2以下のpH即ちより高い酸濃度では、疎水性酸は、触媒及び重合開始剤の両方として作用することができる。かかる高い酸濃度は当業者には公知である。処理溶液中の単量体、触媒及び開始剤の特定の濃度は、特定の単量体、触媒及び開始剤の性状、処理時間及び温度並びに処理しようとする基材の性状及び形態の如き因子に応じて広範囲にわたって変わる。所定の処理条件下ではある濃度の触媒及び開始剤が必要とされるかもしれないけれども、本明細書ではすべての条件下にすべての単量体、触媒及び開始剤に適応する一般的な範囲を与えることができないが、しかし当業者は本発明の開示を基にして通常の実験によって濃度を最適化することができる。

【0038】本発明に従う所望の処理度合の達成は、開始剤の強度並びに単量体及び触媒の濃度に左右される。かくして、例えば、比較的高濃度の遊離基及び（又は）高重量濃度の開始剤のような強い開始剤は、低い水溶性ビニル単量体濃度を必要とすることができる。これとは逆に、弱い開始剤即ち固有的に弱く且つ（又は）低濃度で存在するものは、高い単量体濃度を必要としよう。後者の場合には、本発明に従う処理は、所望の重合度合が達成されたときに織物から開始剤含有溶液を排出させることによって制御することができる。

【0039】重合が開始した後、かかる重合は触媒の濃度及び種類、温度、ビニル単量体、基材、開始剤及び使用しようとする装置の形式の函数であるので、基材は、均一なグラフト重合（“実質的な重合”）が起こるのを確実にするのに十分なだけ長い時間処理溶液の中に入れられたままにされる。かかる時間は、通常、約30秒~30分の間である。次いで、繊維は、pHを中和しそして過剰のホモ重合体があるならばそれを除去するために水で濯ぐことができる。ここで次の特定の実施例によって本発明をより詳細に説明するが、これらの実施例によって本発明を限定するものではない。

【0040】

【実施例】

例1~9

表1に記載される如き乳化単量体を0.1g及び濃塩酸を7滴含有する1,000mlのガラスビーカーに入れ

られた750mlの60℃水道水中に、100デニールの33本のフィラメントで織成したポリエステルより作られそして110.3g/m<sup>2</sup>の織物密度を有する20gの精練織物試料を浸漬させた（媒体のpHは約3であった）。この乳化単量体は、表1に記載の如き疎水性ビニル単量体1部及び“Holotex LO”1部であった。

“Holotex LO”は、塩素化ベンゼン溶剤、ビスフェノールA及び有標の乳化剤“Dispersogone S”より作られたアメリカン・ヘキスト・コーポレーションの製品である。“Dispersogone S”は、ポリオキシエチレン芳香族表面活性剤である。次いで、この溶液を厚い板上において約5分以内に約95℃（±3℃）に加熱した。温度を維持しながら、0.15gのN,N'-メチレンビスアクリルアミド（MBA）を攪拌して溶液状にしそしてこの溶液を平衡にするために3分間の時間を与えた。次いで、0.085gの過硫酸カリウムを加え、そして単量体に10分間を与えて織物上で重合させ且つ反応させた。次いで、織物を冷水中において濯ぎ、そして家庭用洗濯機において69:1の浴比、57℃で10分の洗浄サイクル、温水濯ぎサイクル及び反物重量に対して2.0%の“Tide”家庭用洗濯剤を用いて20回のサイクルで洗浄した。次いで、試料から洗剤を濯ぎ落とした。織物上に半インチ（1.3cm）の高さから一滴の水道水を落下させ、そしてその湿潤又は吸湿の直径を記録した。

【0041】

【表1】

表 1

例 No.	乳化ビニル単量体	湿潤の直径 (mm)
1.	トリメチロールメタクリレート	15
2.	ヘキサリシト-トリメタクリレート	14
3.	ヘキサリシト-トリメタクリレート	13
4.	エトキシビスフェノールAジメタクリレート SR-349	11
5.	1,6-ヘキサンジオールジメタクリレート	9
6.	エトキシビスフェノールAジメタクリレート SR-348	8
7.	なし	0
8.	フェニルメタクリレート	0
9.	イソブチルメタクリレート	0

【0042】エトキシ化ビスフェノールAジメタクリレートSR-349及びエトキシ化ビスフェノールAジメタクリレートSR-348は、アトランチック・リッチフィールド・カンパニーの子会社である米国ペンシルベニア州フィラデルフィア、ウエスト・チェスター所在のサートマー・カンパニーの製品である。SR-349は、1980年5月発行の“SR-349エトキシ化

ビスフェノールAジアクリレート”と題するサートマー社の技術会報TB-27に記載されている。SR-349は、分子式 $C_{27}H_{28}O_2$ を有しそしてCAS登録番号24447-78-7を持つ。SR-348は、1980年5月発行の“SR-348エトキシ化ビスフェノールAジアクリレート”と題するサートマー社の技術会報TB-26に記載されている。SR-348は分子式 $C_{27}H_{28}O_2$ を有しそしてCAS登録番号24448-20-2を有する。

【0043】例1～6からすべての試験した架橋性疎水性ビニル単量体が価値ある結果をもたらすこと、例8及び9から架橋性でない単一のビニル単量体が悪い結果を\*

\*もたらすこと、及び例7から“Holotex LO”が価値ある結果をもたらさないことが分かる。湿潤の度合は、吸湿性の向上の証明である。

#### 【0044】例10

例10は、0.1gの乳化単量体が1重量部のエトキシ化ビスフェノールAジアクリレート及び1重量部のフェノキシエチルアクリレートよりなっていたことを除いて、例6と同じ操作及び成分である。また、例6における1部の“Holotex LO”の代わりに2部の“Holotex LO”が用いられた。

【0045】

【表2】

表 II

例No.	乳化ビニル単量体	湿潤の直径 (mm)
10	エトキシ化ビスフェノールA ジアクリレート 及びフェノキシエチルアクリレート	10

【0046】例10は、架橋性の疎水性ビニル単量体と架橋性でない疎水性ビニル単量体とをエマルジョン中に置いて一緒に用いて吸湿性の実質的な向上を得ることを例示する。

#### 【0047】例11～22

例11～22は、例11、12及び15～22では“Holotex LO”が他の表面活性剤によって置き換えられたこと及び例13、14、14(a)及び16～18では

ポリエステルが等重量のポリプロピレン織物によって置換されたことを除いて、例6と同じ操作及び成分である。更に、“乳化剤”と表題を付けた欄の下では、各例で用いた乳化剤の重量(g)はカッコ内に示されている。

【0048】

【表3】

表 III

織 物	乳 化 剤	潤滑の直径 (mm)
11. ポリエステル	(0.025g) スルホン化脂肪酸エステル <sup>(1)</sup>	7
12. ポリエステル	(0.006g) "Disperesogne S"	15
13. ポリプロピレン	(0.05g) "Holotex L0"	8
14. ポリプロピレン 対照	乳化単量体のみ (1g) "Holotex L0"	0
14(a). ポリプロピレン 対照	乳化単量体なく且つ "Holotex L0" もなし	0
15. ポリエステル	(0.025g) NP-10 <sup>(2)</sup>	10
16. ポリプロピレン	(0.03g) ホスフェート化 NP-10 <sup>(3)</sup> 60℃で6時間における682:90重量部比 でNP-10とポリリン酸との反応生成物	6
17. ポリプロピレン	(0.05g) "Varonic T215" <sup>(4)</sup> 及び 酢酸 "Varonic T215"と 酢酸との1:1モル 比の 反応生成物	5
18. ポリプロピレン	(0.04g) エステル1450 <sup>(5)</sup> 1:1.5モル 比におけるリン酸とP. E. G. 400との 反応生成物	0
19. ポリエステル	(0.025g) "Variquat E290" <sup>(6)</sup>	0
20. ポリエステル	(0.02g) "Duomeen O" <sup>(7)</sup>	0
21. ポリエステル	(0.05g) ホスフェート 化し "Varovic U215" <sup>(8)</sup> 65℃で6時間における "Varovic U215" と ポリリン酸との 1:2モル比の 反応生成物	4
22. ポリエステル	(0.015g) "Variquat E290"	8

【0049】これらの例から、種々の乳化剤がポリエステル及びポリプロピレンの両方について好適であることが分かる。

(1) ポリスルホン化脂肪酸エステルは、米国ノース・カロライナ州サリスベリー所在のブロクター・ケミカル・カンパニーによって販売される "ProtowetXL" であった。その性状については該会社の技術会報に記載されている。これは、こはく色がかった透明色、5.8〜6.2のpH、そして0.2%濃度で11.0秒及び0.1%濃度で25.0秒の湿潤速度 (75°F (24℃) におけるAATCC Draves Wetting Test) を有する。

【0050】(2) NP-10は、米国コネチカット州ダンバリー、オールド・リッジバリー・ロード所在のユニオン・カーバイド・コーポレーションによって商品名 "TERGITOL NP-10" で製造販売されている非イオン性表面活性剤である。これは、CAS名称のポリ(オキシ-1,2-エタンジイル)、 $\alpha$ -(4-ノニルフェノール) オメガヒドロキシを有するノニルフェノールポリエチレングリコールエーテルである。

(3) ホスフェート化NP-10は、メタリン酸としばしば称されるポリリン酸 (115重量%) とNP-10とを90:682の酸対NP-10の重量比で60℃の反応条件下に6時間維持して得られる反応生成物である。ポリリン酸の物理的及び化学的特性は、米国コネチカット州ウエストポート所在のスタファー・ケミカル・カンパニーのインダストリアル・ケミカル・ディビジョンの "Polyphosphoric acid, Form 1044-000-00/73" と題するスタファー・ケミカル・カンパニーの "Product Safety Information Sheet" に記載されている。

【0051】(4) "Varonic T215" は、牛脂と25/25℃で約1.029の比重及び約935の中和当量を有する約15モルのエチレンオキシドとから調製したエトキシ化脂肪酸アミンである。この特性は、米国オハイオ州ダブリン所在のシェレックス・ケミカル・カンパニー・インコーポレーテッドによって発行された "Ethoxylated Fatty Anines Bulletin" (印刷者マーク9-508) に詳述されている。

【0052】(5) エステル1450は、米国オハイオ州シンシナティ、イースト・アベニュー4900所

19  
在のエメリー・インダストリーズ・インコーポレーテッドによって商品名“Emerso1 260”オレイン酸の下に販売されているオレイン酸と、ユニオン・カーバイド・コーポレーションによって販売される商品名“Carbowax Polyethylene Glycol 400”である380~420の範囲内の平均分子量を有するポリエチレングリコール（この特性についてはユニオン・カーバイド・コーポレーションによって1976年5月に印刷された“Material Safety DataSheet Form-43430A”に記載されている）との反応生成物である。オレイン酸及びカーボワックスポリエチレングリコール400は、対応するエステルを形成するために1対1.5のモル比で反応される。得られた成果の上からない結果は、水溶性ビニル単体の重合又は疎水性ビニル重合体による繊維の被覆のどちらかを妨げた表面活性剤の物理的特性によるものと考えられる。これは、家庭用洗濯機での20回の洗濯によって容易に測定された。

【0053】(6) “Variquat E 290”は、シェレックス・ケミカル・カンパニー・インコーポレーテッドによって製造されそして“Specialty Quats”と題するシェレックス社の会報に“Variquat E 290”として記載されている平均分子量320を有するバルミチルトリメチルアンモニウムクロリドである。不合格は、過剰の乳化剤によるものであった（この乳化剤で良好な結果が得られている例22を参照されたい）。このエマルジョンは、過度に濃度で且つミルク状であることが明らかであった。

(7) “Duomeen-O”は、米国イリノイ州シカゴ、ビー・オー・ボックス1805のアクゾナ・インコーポレーテッドの子会社であるアーマク・カンパニーによって製造されそしてその会報76-19に記載されているN-オレイル-1,3-プロパンジアミンである。この実験における不合格は、恐らくこの乳化剤のアミン特性によるものであった。アミンは、水溶性ビニル単体の重合に相互作用することが知られている。

【0054】(8) ホスフェート化したU215は、セチルステアリルアルキル鎖、比重1.025及び典型的な中和当量約935を有するエトキシ化脂肪族アミンであってシェレックス・ケミカル・カンパニー・インコーポレーテッドの会報（印刷者マーク9-508）に記載されている“Varonic U215”とポリリン酸とを約935対180重量部の重量比で65℃の温度において6時間一緒に反応させた反応生成物である。

#### 【0055】例23~28

例23~28では、例6と同じ操作及び成分が用いられたが、但し、種々のエマルジョンを得るために“Holotex LO”対エトキシ化ビスフェノールAジメタクリレート（BEAD）の比率及び量の変動された。例23では、可視的な滴液がなくそして優秀な生成物をもたらした適当なエマルジョンであった。例24及び27では、

極めて貧弱な生成物は、乳化剤が大過剰で存在しこれが繊維と疎水性ビニル単体との間の接触及び相互作用に干渉したことによるものであった。例25~26では、大きい可視的な液滴を持つ貧弱なエマルジョンが得られた。

【0056】

【表4】

	“HOLOTEX LO” (g)	E B A D (g)	湿潤の直径 (mm)
23.	0.117	0.05	13
24.	0.117	0.0117	0
25.	0.117	0.234	0
26.	0.025	0.05	0
27.	0.5	0.05	0
28.	0.0	0.0	0

【0057】上記データから分かるように、特定の物理的及び化学的条件下において水溶性ビニル単体の満足な重合及び基材へのその付着が得られることを確実にするには本発明で用いる組成物及び操作について予備試験することが絶対な必須要件である。ポリエステル織物を例29に従って精練し、処理しそして染色した。

#### 【0058】例29

##### 予備精練

96リットルの温かい（100~120°F（38~49℃））水道水を満たしたスチーム加熱式スミスドラム回転型染料タブ（101b（4.5kg）で定めた織物容量）に、100デニールの33本のフィラメントで織成したポリエステルより作られそして約110.3g/m<sup>2</sup>の織物密度を有する101b（±5%）の織物試料を入れた。水に約11gの“Terqitol NP-10”を加え、そしてこの予備精練工程の残りについてドラムのスイッチを入れた。5分間の過程にわたって、浴を約180°F（82℃）に加熱し、そして180°Fで更に約10分間維持した。ドラムのスイッチを切り、タブを排水させ、そして織物を次の標準濯ぎ操作に従って濯いだ。ドラムのスイッチを入れ、そしてタブに温かい（100~120°F）越流水を満たした。5分後に、ドラムのスイッチを切りそしてタブを排水させた。次いで、タブに温かい水道水を再び満たし、そしてドラムのスイッチを再び入れた。5分後、ドラムのスイッチを切り、そしてタブを排水した。濯ぎ水が透明になるまで、注ぎ操作を反復した。

##### 【0059】予備処理

タブに温かい水道水を満たし、そしてドラムのスイッチを入れた。タブの水に約35m1の工業等級の濃（33%）塩酸を加えて、万能pH紙によって約3の浴pHを与えた。浴に35重量%のエトキシ化ビスフェノールAジメタクリレートSR-348、35重量%のノニルフェノールエトキシラート（NP-10）及び30%のキシレンを含有する約45gの溶液を加え、これによ

てエマルジョンを形成した。次いで、温度を約5分間にわたって約190°F(88°C)に上昇させた。この温度において浴を更に5分間維持した。ドラムのスイッチを切り、そしてタブを排水させた。先の予備精錬工程に記載の標準濯ぎ操作に従って織物を濯いだ。

#### 【0060】処理

タブに温かい水道水を満たし、そしてドラムのスイッチを入れた。浴水に約35m lの工業等級濃度(33%)の塩酸を加えて万能pH紙に従って約3の浴pHを与えた。次いで、浴の温度を約2分間にわたって約140°F(60°C)に上昇させた。重量比で次の組成即ち66%のN,N'-メチレンビスアクリルアミド、10%のグリオキサルビスアクリルアミド及び24%のしょ糖の水溶性単量体混合物を約40g加えた。次いで、浴の温度を約5分かけて195°F(91°C)に上げ、しかる後195°Fで約5分間維持した。次いで、約20gの過硫酸カリウムを加え、そして温度を195°Fで10分間維持した。冷水を加えることによって温度を160°F(71°C)に下げ、この点においてドラムのスイッチを切りそして浴を排出させた。

#### 【0061】最終精錬

予備精錬操作を後精錬として反復した。本発明に従って例29の操作を実施することによってポリプロピレン基材を同様に処理することができるものと思われる。上の各例に示す如き吸湿試験の他に、AATCC試験法130を使用して本発明に従って処理された多数の織物の汚れ除去性を試験した。本発明の変性織物は優れた汚れ除

去性を有することが確かめられた。また、本発明の変性重合体は優れた持ち味特性を有することも確かめられた。

【0062】本発明の変性重合体を優秀な帯電防止性については試験しなかったけれども、他の重合体を用いた場合の経験に基いて本発明の重合体も向上された帯電防止性を有するものと確信される。上記の各例で用いた家庭用洗濯機は、セアーズ・ローバック・カンパニーによって製造販売される“Kenmore”自動型110.82070120であった。かくして、本明細書又は特許請求の範囲における“洗濯回数”又は“通常の家

庭洗濯機での洗濯回数”の記載は、上記の機械又は同様の機械で実施される如き洗濯に関係する。洗濯は、次の工程、即ち

(1) 反物の重量を基にして2%の“TIDE”家庭用洗濯洗剤を含有する55°Cの水道水中において10分間の攪拌サイクル、(2) 回転による洗浄水の抽出、

(3) 攪拌下の温間濯ぎサイクル、及び(4) 最終の水抽出(回転サイクル)に従った。

【0063】本発明に従って処理した基材は、もし20回目の洗浄後に処理済みの基材が上記各例の操作に従って測定したときにその初期湿潤性の少なくともいくらかの部分を持続したならば20回目のかかる洗濯に“耐える”吸湿性の向上を有すると見なされる。本発明はその精神又は必須要件から逸脱することなしに他の特定の形態で具体化することができ、従って上記の明細書よりもむしろ本発明の範囲を示す特許請求の範囲を参照すべきである。